

=> d 16 all 29

L6 ANSWER 29 OF 40 CAPLUS COPYRIGHT 2004 ACS on STN
AN 1980:425891 CAPLUS
DN 93:25891
ED Entered STN: 12 May 1984
TI Refining of technical 1,1,2-trifluorotrichloroethane
IN Dedek, Vaclav; Barta, Milan; Posta, Antonin
PA Czech.
SO Czech., 3 pp.
CODEN: CZXXA9
DT Patent
LA Czech
IC C07C017-38; C07C019-08
CC 23-3 (Aliphatic Compounds)

FAN.CNT 1

	PATENT NO.	KIND	DATE	APPLICATION NO.	DATE
PI	CS 177645	B	19790315	CS 1975-3727	19750528
PRAI	CS 1975-3727		19750528		

CLASS

	PATENT NO.	CLASS	PATENT FAMILY CLASSIFICATION CODES
	CS 177645	IC	C07C017-38IC C07C019-08
AB	Contaminants which adversely affect stability and acidity of the title compd. were decompd. by irradiating a tech. product with UV light while feeding O or air for 3-6 h at 12-46.degree.. The mixt. was washed with a 10% aq. NaOH soln. and water, dried and distd. to give 91-6% pure ClCF2Cl2CF.		
ST	chlorotrifluoroethane purifn; fluorotrichloroethane purifn; ethane trichlorotrifluoro purifn		
IT	76-13-1P RL: PUR (Purification or recovery); PREP (Preparation) (purifn. of)		

IDEAL FLUIDS 3.0-001

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

209/15/04

In re patent application of	:	
GREGORY TARANCON	:	Group Art Unit 1753
Serial No.: 10/690,674 ⁵	:	Examiner Edna Wong
Filed: October 22, 2003	:	September 9, 2004
For: METHOD AND APPARATUS	:	
FOR TRANSFORMING	:	BY FAX 1-571-273-1349
CHEMICAL FLUIDS USING	:	
HALOGEN OR OXYGEN IN	:	
A PHOTO TREATMENT	:	
PROCESS	:	


Mail Stop AF
Commissioner for Patents
P.O. Box 1450
Alexandria, VA 22313-1450

RESPONSE TO RESTRICTION REQUIREMENT

Sir:

As a result of a telephone interview held with Examiner Edna Wong on September 9, 2004, Applicant hereby elects the method claims in this application which include Claims 1 through 12. Applicant reserves its right to file a Divisional Patent Application on the apparatus Claims 13 through 36.

Respectfully submitted,


EZRA SUTTON
Reg. No. 25,770

Plaza 9, 900 Route 9
Woodbridge, NJ 07095
(732) 634-3520
ES/dlp

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



URAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

177645

(11) (11)

(22) Přihlášeno 28 05 75
(21) (PV 3727-75)

(40) Zveřejněno 29 11 78

(45) Vydáno 15 03 79

(51) Int. Cl.
C 07 C 17/38
C 07 C 19/08

(53) MDT
881.723.7

(75)

Autor vynálezu

Prof. ing. VÁCLAV DĚDEK, CSc., ing. MILAN BARTA, CSc.,
a ing. ANTONÍN POŠTA, CSc., PRAHA

(52) Způsob přípravy čistého 1,1,2-trifluortrichlorethanu
z technického výrobku

1

Předmětem vynálezu je způsob přípravy čistého 1,1,2-trifluortrichlorethanu z technického výrobku, který je na trhu k dispozici pod obchodními značkami jako například Freon 113, Flugene 113, Arcton 113, Edifrene 113 a Ledon 113. 1,1,2-trifluortrichlorethan je nehořlavý a netoxický rozpouštědlo, které slouží jako chladivo do chladicích a klimatizačních zařízení, jako extrakční činidlo a prostředek pro čištění nejrůznějších výrobků. Pro chemické čištění tkanin, elektronických zařízení a součástek spojovací a výpočetní techniky i jiná citlivá zařízení se vyžaduje použití 1,1,2-trifluortrichlorethanu vysoké čistoty.

Technický 1,1,2-trifluortrichlorethan se získává zpravidla katalytickou chlorofluorací tetrachloretylénu a obsahuje 1 až 10 % hmot. nečistot. (Viz například ČSN 66 11 19 a 66 11 10.) Nečistoty jsou tvořeny dichlortetrafluoretany (I), trifluorchloretyany (II), 1,2-difluordichloretylénem (III), trifluordichloretyany (IV), difluordichloretyany (VI), difluortrichloretyany (VII) a difluortetrachloretyany (VIII). 1,1-difluordichloretylén (III) a do jisté míry i fluorochloretyany II, IV, VI, VII jsou příčinou snižování stability a zvyšování acidity technického výrobku. Tyto látky totiž přecházejí oxidačními hydrolytickými a eliminačními reakcemi na oxidy,

177645

2

acylhalogenidy, organické a halogenvodíkové kyseliny, které činí technický 1,1,2-trifluortrichlorethan nepoužitelným pro ty aplikace, kde se vyžaduje neutrální prostředí a kde 1,1,2-trifluortrichlorethan (V) přichází do styku s kovy a plastickými hmotami. Dosavadní způsob rafinace technického produktu spočívá v tom, že se technický výrobek neutralizuje, vypere vodou a pak podrobí účinné rektifikaci nebo se vypírá koncentrovanou kyselinou sírovou a vodou. Nevýhody těchto čisticích operací spočívají v tom, že odstranění příměsí II, III, IV, VI a VII není dokonale a produkt takto získaný není dlouhodobě stabilní.

Nevýhody dosavadního stavu techniky nemá způsob přípravy čistého 1,1,2-trifluortrichlorethanu z technického výrobku podle tohoto vynálezu. Způsob přípravy podle tohoto vynálezu spočívá v tom, že se technický 1,1,2-trifluortrichlorethan (V) při teplotě 0 až 50 °C ozáruje ultrafialovým světlem za současného uvádění kyslíku a/nebo vzduchu a/nebo směsi kyslíku se vzduchem. Způsobem podle tohoto vynálezu dochází k oxidaci a k prakticky úplnému odstranění fluorochlorethanů II, IV, VI, VII a olefinu III. Stopy fluorochlorethanů I a VIII na stabilitu a aciditu 1,1,2-trifluortrichlorethanu vliv nemají. Reakční směs se po čištění podle to-

177845

3

hoto vynálezu vypere roztokem hydroxidu alkalického, vodou a po vysušení rektifikuje. Tímto způsobem se získá 1,1,2-trifluor-trichlorethan o čistotě nejméně 99,95 % hmot. Průběh čistící operace podle vynálezu se sleduje nejlépe plynově chromatografickou analýzou a konec reakce je indikován nepřítomností sloučenin II, III, IV, VI a VII.

1,1,2-trifluor-trichlorethan (V) získaný způsobem podle tohoto vynálezu je prakticky neomezeně stabilní a je vhodný pro použití v pracích automatech a pro směsi používané k čištění při výrobě tranzistorů, tiskových obvodů, televizních obrazovek, relé apod.

Příklady provedení

Obecný postup:

Do reakční nádoby opatřené zpětným

4

chladičem chlazeným solankou, teploměrem, míchadlem, ponořenou UV lampou 125 Watt a zařízením na uvádění kyslíku a/nebo vzduchu, bylo předloženo 400 g 1,1,2-trifluor-trichlorethanu. Reakční nádoba byla umístěna v lázni, kterou bylo možno zahřívati nebo chladit. Za současného ozařování UV světlem byl při teplotě 12 až 48 °C do předloženého 1,1,2-trifluor-trichlorethanu uváděn kyslík a/nebo vzduch a/nebo směs kyslíku a vzduchu.

Příklad 1

K technickému 1,1,2-trifluor-trichlorethanu byl při teplotě 12 °C uváděn za ozařování UV světlem 5 hodin kyslík (10 l). Obsah reakční nádoby byl vyprán 10% louhem sodným, vodou, vysušen a rektifikován. Výtěžek čistého 1,1,2-trifluor-trichlorethanu byl 363 g (90,8 %). V tabulce 1 je uvedeno složení výchozího a konečného produktu.

Tabulka 1

Produkt	I	II	III	% hmot.				
				IV	V	VI	VII	VIII
Výchozí	0,08	0,28	1,55	0,16	95,47	0,18	0,11	2,17
Konečný	0,01	0,00	0,00	0,00	99,99	0,00	0,00	0,00

Příklad 2

K technickému 1,1,2-trifluor-trichlorethanu (V) byl při teplotě 15 °C za ozařování UV světlem uváděn 6 hodin vzduch (10 l). Ob-

sah reakční nádoby byl zpracován jako v příkladě 1. Výtěžek čistého 1,1,2-trifluor-trichlorethanu byl 384 g (91,0 %). V tabulce 2 je uvedeno složení výchozího a konečného produktu.

Tabulka 2

Produkt	I	II	III	% hmot.				
				IV	V	VI	VII	VIII
Výchozí	0,08	0,28	1,55	0,16	95,47	0,18	0,11	2,17
Konečný	0,01	0,01	0,00	0,08	99,88	0,18	0,08	0,00

Příklad 3

Do technického 1,1,2-trifluor-trichlorethanu (V) byl při teplotě 40 °C za ozařování UV světlem uváděn 3 hodiny kyslík (3 l). Ob-

sah reakční nádoby byl zpracován jako v příkladě 1. Výtěžek čistého 1,1,2-trifluor-trichlorethanu byl 381 g (95,3 %). V tabulce 3 je uvedeno složení výchozího a konečného produktu.

Tabulka 3

Produkt	I	II	III	% hmot.				
				IV	V	VI	VII	VIII
Výchozí	0,11	0,12	0,11	0,03	99,38	0,09	0,05	0,22
Konečný	0,01	0,00	0,00	0,00	99,99	0,00	0,00	0,00

Příklad 4

Do technického 1,1,2-trifluor-trichlorethanu (V) se při teplotě 18 °C uvádí směs vzduchu a kyslíku v poměru 2 : 1 3 hodiny za ozařování UV světlem (3 l). Obsah reakční nádoby byl zpracován jako v příkladě 1. Výtěžek čistého 1,1,2-trifluor-trichlorethanu byl 383 g (95,8 %). V tabulce 4 je uvedeno složení výchozího a konečného produktu.

vání UV světlem (3 l). Obsah reakční nádoby byl zpracován jako v příkladě 1. Výtěžek čistého 1,1,2-trifluor-trichlorethanu byl 383 g (95,8 %). V tabulce 4 je uvedeno složení výchozího a konečného produktu.

177845

Tabulka 4

Produkt	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII
Výchozí	0,11	0,12	0,11	0,03	99,38	0,09	0,05	0,22
Konečný	0,01	0,00	0,00	0,00	99,94	0,03	0,02	0,00

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob přípravy čistého 1,1,2-trifluortrichloretanu z technického výrobku, vyznačený tím, že se do 1,1,2-trifluortrichloretanu, obsahujícího 1 až 10 % hmot. nečistot, uvádí po dobu od 1 s do 8 h kyslík a/nebo

vzduch a/nebo směs kyslíku a vzduchu v poměru 1 : 10 až 1 : 1 a současně ozáruje UV světlem při teplotě 0 až 50 °C a pak se reakční směs vypere, vysuší a rektifikuje.